

## Process for the continuous preparation of polyolefin wax

Patent Number: CH646717  
Publication date: 1984-12-14  
Inventor(s): ZERNOV VITALY SERGEEVICH (SU); POTEMLIN NIKOLAI FEDOROVICH (SU); ASHIKHMINA LJUDMILA KONSTANTIN (SU); PERLINA NINA ANTONOVNA (SU); MUKHIN VIKTOR YAKOVLEVICH (SU); MEDVEDEV VLADIMIR DMITRIEVICH (SU)  
Applicant(s):: ZERNOV VITALIJ S (SU); POTEMLIN NIKOLAI FEDOROVICH (SU); ASHIKHMINA LJUDMILA KONSTANTIN (SU); PERLINA NINA ANTONOVNA (SU); MUKHIN VIKTOR YAKOVLEVICH (SU); MEDVEDEV VLADIMIR DMITRIEVICH (SU)  
Requested Patent:  CH646717  
Application Number: CH19800000803 19800131  
Priority Number(s): CH19800000803 19800131  
IPC Classification: C08F8/50  
EC Classification: C08F8/50  
Equivalents:

### Abstract

Polyolefin wax having a molecular weight from 600 to 4500 is prepared continuously. A melt of high-molecular-weight polyethylene having a molecular weight of from 10000 to 200000 or a melt of a mixture of high-pressure polyethylene and polypropylene in the ratio 3:1 is forced through a heated reactor, during which the polymers are degraded in the zones of the homogeneous and heterogeneous states of the reaction medium at temperatures of from 350 DEG C to 500 DEG C and under a pressure of from 0.2 to 0.6 MPa at the reactor outlet. The wax formed and the volatile degradation products are subsequently removed. The heating is carried out in such a manner that a heat load of from 198 to 360 kJ/kg of wax is obtained in the zone of the homogeneous state of the reaction medium and a heat load of from 360 to 720 kJ/kg of wax is obtained in the zone of the heterogeneous state of the reaction medium, the degradation time being from 3.5 to 10 minutes. The polyolefin wax can be used as a lubricant and in the production of inks, paints, lacquers, varnishes, surface coatings, polishing pastes and candles.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2



Erfnungspatent für die Schweiz und Liechtenstein  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

## 12 PATENTSCHRIFT A5

11

646 717

21 Gesuchsnr.: 803/80

73 Inhaber:  
Vitaly Sergeevich Zernov, Leningrad (SU)  
Nikolai Fedorovich Potemkin, Leningrad (SU)  
Ljudmila Konstantinovna Ashikhmina,  
Leningrad (SU)  
Nina Antonovna Perlina, Leningrad (SU)  
Viktor Yakovlevich Mukhin, Leningrad (SU)  
Vladimir Dmitrievich Medvedev, Leningrad (SU)

22 Anmeldungsdatum: 31.01.1980

72 Erfinder:  
Zernov, Vitaly Sergeevich, Leningrad (SU)  
Potemkin, Nikolai Fedorovich, Leningrad (SU)  
Ashikhmina, Ljudmila Konstantinovna,  
Leningrad (SU)  
Perlina, Nina Antonovna, Leningrad (SU)  
Mukhin, Viktor Yakovlevich, Leningrad (SU)  
Medvedev, Vladimir Dmitrievich, Leningrad (SU)

24 Patent erteilt: 14.12.1984

74 Vertreter:  
E. Blum & Co., Zürich

45 Patentschrift  
veröffentlicht: 14.12.1984

## 54 Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyolefinwachs.

57 Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500 wird kontinuierlich hergestellt. Eine Schmelze von hochmolekularem Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10'000 bis 200'000 oder eine Schmelze aus einem Gemisch von Hochdruckpolyäthylen und Polypropylen im Verhältnis von 3:1 wird durch einen beheizten Reaktor hindurchgepresst, wobei die Polymeren in den Zonen des homo- und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums bei Temperaturen von 350°C bis 500°C und unter einem Druck von 0,2 bis 0,6 MPa am Ausgang des Reaktors abgebaut werden. Anschliessend werden gebildetes Wachs und flüchtige Abbauprodukte entfernt. Die Beheizung wird derart durchgeführt, dass in der Zone des homogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 198 bis 360 KJ/kg Wachs und in der Zone des heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 360 bis 720 KJ/kg Wachs erhalten wird, wobei die Abbaizeit 3,5 bis 10 Min. beträgt.

Das Polyolefinwachs kann als Gleitmittel und bei der Herstellung von Tinten, Lacken, Anstrichmitteln, Polierpasten und Kerzen verwendet werden.

## PATENTANSPRUCH

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500, wobei man eine Schmelze von hochmolekularem Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10 000 bis 200 000 oder eine Schmelze aus einem Gemisch von Hochdruckpolyäthylen und Polypropylen im Verhältnis von 3:1 durch einen beheizten Reaktor hindurchpresst, wobei die Polymeren in den Zonen des homo- und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums bei Temperaturen von 350°C bis 500°C und unter einem Druck von 0,2 bis 0,6 MPa am Ausgang des Reaktors abgebaut werden und man anschliessend von gebildetem Wachs und flüchtigen Abbauprodukten entfernt, dadurch gekennzeichnet, dass die Beheizung derart durchgeführt wird, dass in der Zone des homogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 198 bis 360 KJ/kg Wachs und in der Zone des heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 360 bis 720 KJ/kg erhalten wird, wobei die Abbauzeit 3,5 bis 10 Min. beträgt.

Die Erfindung bezieht sich auf ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500.

Dieser Wachs mit dem erwähnten Molekulargewicht kann bei der Kunststoffverarbeitung als äusseres und inneres Gleitmittel sowie in der Gummiindustrie als Verarbeitungshilfsmittel, die technologischen Eigenschaften von Kautschuk bei der Vermischung der verschiedenen Kautschuksorten verbessern sowie bei der Herstellung von Tinten, Lacken, Anstrichmitteln, Polierpasten, Kerzen und Bleistiften verwendet werden.

Es ist ein Verfahren (s. «Polyäthylen und andere Polyolefine», Verlag «Mir» 1964, c. 279–282, 354) zur Herstellung von Polyolefinwachsen durch Polymerisation von Äthylen bei hohen Temperaturen und Drücken in Gegenwart von radikalbildenden Initiatoren und Kettenreglern, beispielsweise bei einem Druck von  $98,04 \cdot 10^3$  Pa und einer Temperatur von 200°C unter Anwendung von Sauerstoff als Initiator und Wasserstoff als Kettenübertragungsmittel bekannt. Bei der Einführung eines entsprechenden Comonomeren in das Reaktionsgemisch ist es möglich, ein Polyolefinwachs mit den variablen Eigenschaften herzustellen.

Es ist auch ein Verfahren (DE-PS 2 257 917 Kl. 39b 4) zur Herstellung von Polyäthylenwachsen durch Polymerisation von Äthylen unter niedrigen Drücken (bis zu  $98,07 \cdot 10^3$  Pa) in Gegenwart von Ziegler-Katalysatoren und Molekulargewichtsreglern bekannt.

Die genannten Verfahren zur Herstellung von Wachsen durch Polymerisation von Äthylen benötigen die speziellen Betriebszustände, wie z.B. Temperatursenkung und Druckregelung, wobei die Ausrüstungsleistung um das 1,5fache herabgesetzt wird, was seinerseits zur Erhöhung der Wachspreise im Vergleich zu Polyäthylen führt. Ausserdem fordert die Einführung der Kettenübertragungsmittel eine gewisse zusätzliche Ausstattung der Polyäthylenanlagen, wo üblicherweise die Polyolefinwachse hergestellt werden.

In letzter Zeit wird in immer grösserem Mass ein Verfahren zum thermischen Abbau hochmolekularer Polyolefine, z.B. von Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10 000 bis 200 000 eingesetzt, wodurch eine Verwendung von sortenrechten, sortenunechten und regenerierten Polyolefinprodukten als Wachsrohstoffe ermöglicht wird.

Nach dem genannten Verfahren wird eine hochmolekulare Polyäthylen schmelze durch ein Metallrohr mit einem

geringen Querschnitt gepresst, das bis auf eine Temperatur von 350 bis 600°C erhitzt ist. Das Aufheizen des Rohres erfolgt entweder durch Heizkörper oder mit Rauch-(verbrennungs-)gasen.

Gemäss der technischen Lösung und der erzielten Wirkung ist das Verfahren (FR-PS 2 056 681 Kl. C08 f 27/00) zur kontinuierlichen Herstellung des Wachses aus hochmolekularem Polyäthylen, durch welches ein festes Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 80 000 bis 200 000 innerhalb von 1 bis 10 Minuten geschmolzen und die Schmelze bei 350 bis 500°C durch ein erhitztes Rohr hindurchgepresst wird, dem erfindungsgemässen Verfahren am naheliegendsten. Dabei wird der thermische Abbau des Polyäthylen in den Zonen des homogenen und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums verwirklicht.

Je nach Temperatur und erwünschtem Molekulargewicht des Wachses kann der thermische Abbau von 10 bis 120 Minuten dauern; der Polyäthylen druck in dem erhitzen Rohr beträgt dabei  $98,07-1961,4 \cdot 10^3$  Pa. Das erhaltene Produkt wird innerhalb von 3 bis 5 Minuten bis auf die Temperatur von 250°C abgekühlt und die Wachsschmelze zur weiteren Verarbeitung und Anwendung entfernt.

Das beschriebene Verfahren wird durch die beträchtliche Dauer des Abbauprozesses gekennzeichnet, was eine niedrigere Leistung der Vorrichtung sowie eine Verschlechterung der Qualität des Wachses zur Folge hat. So hat beispielsweise das nach dem bekannten Verfahren hergestellte Wachs mit einem Molekulargewicht von 3000 einen grauen Farbton, der Tropfpunkt liegt nicht oberhalb von 110°C und die Penetrationshärte beträgt weniger als  $2,10^{-1}$  Min.

Der Erfolg liegt die Aufgabe zugrunde, durch Änderung in der Wärmeführung die Dauer des Abbaus von Polyolefinen unter gleichzeitiger Verbesserung der physikalisch-mechanischen Eigenschaften des gewünschten Polyolefinwachses herabzusetzen.

Das erfindungsgemässen Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500, wobei man eine Schmelze von hochmolekularem Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10 000 bis 200 000 oder eine Schmelze aus einem Gemisch von Hochdruckpolyäthylen und Polypropylen im Verhältnis von 3:1 durch einen beheizten Reaktor hindurchpresst, wobei die Polymeren in den Zonen des homo- und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums bei Temperaturen von 350°C bis 500°C und unter einem Druck von 0,2 bis 0,6 am Ausgang des Reaktors abgebaut werden und man anschliessend von gebildetem Wachs und flüchtigen Abbauprodukten entfernt, ist dadurch gekennzeichnet, dass die Beheizung derart durchgeführt wird, dass in der Zone des homogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 198 bis 360 KJ/kg Wachs und in der Zone des heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 360 bis 720 KJ/kg Wachs erhalten wird, wobei die Abbauzeit 3,5 bis 10 Min. beträgt.

Gemäss den Ergebnissen aus den vorliegenden Erfahrungen wird die Erwärmung von Polyolefinen bis auf eine Temperatur über 350°C durch die Abscheidung von flüchtigen Produkten begleitet, deren Menge durch die Abbaubedingungen (Temperatur, Haltezeit bei dieser Temperatur sowie Molekulargewicht des Ausgangspolyäthylen) bestimmt wird. Das von den gasförmigen Produkten eingenommene Volumen hängt aber von der Temperatur, dem Druck und der Löslichkeit der Gase im Polyolefin ab. Die Änderung des Drucks am Austritt des Reaktionsgemisches aus dem Reaktor sowie der hydrodynamischen Betriebsführung bietet die Möglichkeit, die Löslichkeit der flüchtigen Produkte im Polyolefin und folglich auch den Phasenzustand des Reaktionsmediums zu regeln. Bei der Untersuchung des

Phasengleichgewichtetes wurde festgestellt, dass bei der Aufrechterhaltung des Drucks am Ausgang des Reaktors auf einer Höhe von  $196,14 \text{ bis } 588,42 \cdot 10^3 \text{ Pa}$  der Abbau von Polyolefin in zwei Zonen verläuft: in der Zone des homogenen Abbaus von Polyolefinen, wo die flüchtigen Abbauprodukte vollständig im Polyolefin gelöst sind, und in der Zone des heterogenen Abbaus unter Bildung eines Zweiphasensystems aus den gesättigten Lösungen von flüchtigen Produkten im niedermolekularen Polyolefin und vom niedermolekularen Polyolefin in den flüchtigen Produkten. Dabei entspricht die Phasengrenze zwischen den homo- und heterogenen Abbauzonen, je nach dem Druck am Ausgang des Reaktors und der hydrodynamischen Betriebsführung, einer Temperatur von 375 bis 385°C und einem Druck von 392,28 bis  $980,7 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ .

Durch die Zuführung zu den homo- und heterogenen Abbauzonen von Polyolefinen von ungleichen Mengen an Wärme, nämlich 198 bis 360 KJ/kg Wachs zu der homogenen Zone und 360 bis 720 KJ/kg Wachs zu der heterogenen Zone, erwies es sich als möglich, die Abbauzeit bis auf 3,5 bis 10 Minuten zu kürzen, und die Verkürzung der Verweilzeit von Polyolefinen in der Hochtemperaturzone führte daher zu einer Verbesserung des Farbtons, des Tropfpunktes und der Härte des Wachses. Das Molekulargewicht der erfundungsgemäss hergestellten Polyäthylenwachse beträgt 600 bis 4500.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfundungsgemässen Verfahrens wird folgendermassen durchgeführt:

Das Granulatgemisch aus sortenechten und sortenunechten Polyäthylenen sowie regenerierten Polyäthylenen bzw. entsprechende Gemische mit Polypropylen werden in einem Extruder eingetragen, wo die Plastizierung und die Erwärmung bis auf eine Temperatur von 230 bis 250°C erfolgt. Die gebildete Schmelze wird mittels einer Extruderschnecke in den Reaktor gegeben, der ein beheiztes Metallrohr ist. Als Heizelement werden einstellbare elektrische Heizkörper verwendet. Unter dem Wärmeeinfluss werden die hochmolekularen Polyolefine unter Bildung eines Wachses und eines Gemisches aus den flüchtigen Kohlenwasserstoffen abgebaut. Das Molekulargewicht des Wachses wird durch die Verweilzeit in der Hochtemperaturzone und durch die Wärmebelastung bestimmt. Das gebildete Gemisch aus Wachs und flüchtigen Kohlenwasserstoffen geht durch ein Ventil in einen Kühler, wo es bis auf eine Temperatur von ca. 250°C abgekühlt wird. Aus dem Kühler geht das Gemisch von selbst in einen beheizten Behälter, in dem bei einer Temperatur von 200 bis 250°C infolge eines Dichtegefälles die Abtrennung des Wachses von den flüchtigen Produkten erfolgt. Die Wachsschmelze wird aus den Behältern zur Konfektionierung und Analyse geleitet. Bei der Analyse des Wachses bestimmt man ein Zahlenmittel-Molekulargewicht (Lichtstreuung), einen Farbton (visuell), eine Penetrationshärte (100 g-Belastung, Haltezeit 5 s, Temperatur 25°C) sowie den Tropfpunkt nach Ubbelohde.

Das erfundungsgemäss Verfahren ermöglicht es also, die Verweilzeit des Polymeren in der Hochtemperaturzone wesentlich herabzusetzen, was seinerseits die Lösung der Aufgabe des Bereitstellens von Hochleistungsverfahren erlaubt. Das Fehlen von besonderen Anforderungen an die Rohstoffe lässt die Verwendung von sortenunechten und regenerierten Polyäthylenen und Polypropylenen zu und bietet dadurch die Möglichkeit, die Abfallprodukte aus der Polyolefinproduktion zu verwerten.

Die Verkürzung der Verweilzeit des Polymeren in der Hochtemperaturzone ermöglicht die Herstellung eines Produktes von hoher Qualität.

In den folgenden Beispielen sind bevorzugte Ausführungsformen des erfundungsgemässen Verfahrens beschrieben.

### Beispiel 1

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders einem Reaktor kontinuierlich zugeführt, der ein Metallrohr darstellt, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt mittels eines elektrischen Heizkörpers, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs und der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und den flüchtigen Produkten vorliegen, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Anwendung und Analyse entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1200, das sich durch den hellen Farbton, die Penetrationshärte von  $10,10^{-1} \text{ mm}$  und den Tropfpunkt von 95°C auszeichnet.

### Beispiel 2

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 200 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang ist  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und den flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Anwendung und Analyse entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1300, es ist weiss, besitzt einen Tropfpunkt von 96°C und die Penetrationshärte beträgt  $9,10^{-1} \text{ mm}$ .

### Beispiel 3

(Kontrollbeispiel)

Eine Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von mehr als 200 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt wird. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Wegen der sprunghaften Drucksteigerung am Reaktoreingang wurde der Versuch abgestellt.

Somit erweist sich die Anwendung des Rohpolyäthylens mit einem Molekulargewicht von mehr als 200 000 als unmöglich infolge der hohen Viskosität des Produktes, die eine Steigerung des Druckgefälles im Reaktor bedingt.

### Beispiel 4

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 100 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Anwendung und Analyse entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, das weiss ist, eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 95°C besitzt.

#### Beispiel 5

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 50 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs und der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorliegen, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, das weiss ist, eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 95°C aufweist.

#### Beispiel 6

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 10 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss, hat eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

Wie aus den Beispielen 2 bis 6 hervorgeht, beeinflusst die Änderung des Molekulargewichts des Ausgangspolyäthylens von 10 000 bis 200 000 praktisch die Eigenschaften des erhaltenen Polyäthylenwachs nicht, jedoch die Anwendung eines Polyäthylens mit einem Molekulargewicht von mehr als 200 000 als Rohstoff führt zu einem überhöhten hydraulischen Widerstand im Reaktor und unterbricht das Verfahren.

#### Beispiel 7

(Kontrollbeispiel)

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von

20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 198 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze wird entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 4500, es ist weiss-grauishig, besitzt die Penetrationshärte von  $1,10^{-1}$  mm sowie einen Tropfpunkt von 115°C.

So lässt die Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus von weniger als 198 KJ/kg Wachs kein Produkt mehr von hoher Qualität erhalten.

#### Beispiel 8

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 270 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone ist 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 3000, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $1,5 \cdot 10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 113°C.

#### Beispiel 9

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 324 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf die Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze wird entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1500, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $7,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 99°C.

#### Beispiel 10

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo

sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylen in der Abbauzone beträgt 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C gekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

### Beispiel 11

(Kontrollbeispiel)

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 432 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylen in der Abbauzone beträgt 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf die Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss-grau und hat eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

So kann man bei der Überschreitung der Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus über 360 KJ/kg Wachs kein Produkt von hoher Qualität erhalten.

Die Beispiele 7 bis 11 zeigen die Änderung der Eigenschaften von Polyäthylenwachsen, je nach der Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus. Die Wärmeverlust von weniger als 198 KJ/kg Wachs führt zur Verschlechterung des Wachsfarbtönes und zur Steigerung der Wachsviskosität, was wiederum beträchtliche Druckgefälle der Rohrlänge entlang verursacht. Die Steigerung der Wärmeverlust bis auf 432 KJ/kg Wachs und höher führt auch zur Verschlechterung des Farbtönes infolge der Polyäthylenverkohlung an den Rohrwänden.

### Beispiel 12

(Kontrollbeispiel)

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylen in der Abbauzone ist 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C gekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 3000, es ist weiss-grau und hat eine Penetrationshärte von  $2,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 111°C.

So lässt die Herabsetzung der Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus bis und unter 360 KJ/kg Wachs kein Produkt von hoher Qualität erhalten.

10

### Beispiel 13

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus ist 540 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylen in der Abbauzone ist 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1500, es ist weiss und besitzt eine Penetrationshärte von  $7,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 99°C.

### Beispiel 14

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf die Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 96°C.

### Beispiel 15

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlust in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlust in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 720 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten

abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1200, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $11,10^{-1}$  und einen Tropfpunkt von  $94^{\circ}\text{C}$ .

Beispiele 12–15 zeigen die Änderung der Eigenschaften, abhängig von der Höhe der Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus. Die Herabsetzung der Wärmebelastung bis und unter  $360 \text{ KJ/kg}$  Wachs führt zur Verschlechterung der Penetrationshärte (z.B. für das Polyäthylenwachs mit einem Molekulargewicht von 3000 – bis und über  $2,10^{-1}$  statt  $1,5 \cdot 10^{-1}$  wie im Beispiel 8), zur Herabsetzung des Tropfpunktes bis und unter  $111^{\circ}\text{C}$  statt 113 (s. Beispiele 12 und 8).

#### Beispiel 16

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis  $250^{\circ}\text{C}$  mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf  $350^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Polyäthylen schmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 4500, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $1,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von  $115^{\circ}\text{C}$ .

#### Beispiel 17

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis  $250^{\circ}\text{C}$  mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf  $400^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 2100, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $2,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von  $110^{\circ}\text{C}$ .

#### Beispiel 18

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis  $250^{\circ}\text{C}$  mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf  $450^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten

abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von  $96^{\circ}\text{C}$ .

#### Beispiel 19

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis  $250^{\circ}\text{C}$  mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf  $500^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 750, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $20,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von  $90^{\circ}\text{C}$ .

Beispiele 16 bis 19 zeigen die Änderung der Eigenschaften, abhängig von der Abbautemperatur. Bei Temperaturen unterhalb von  $350^{\circ}\text{C}$  erhält man Wachse mit hoher Schmelzviskosität, was beträchtliche Druckgefälle im Reaktor verursacht; eine Durchführung des Verfahrens bei Temperaturen von mehr als  $500^{\circ}\text{C}$  verschlechtert den Farbton des Produktes.

#### Beispiel 20

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis  $250^{\circ}\text{C}$  mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf  $450^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 3,5 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1500, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $7,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von  $99^{\circ}\text{C}$ .

#### Beispiel 21

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis  $250^{\circ}\text{C}$  mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf  $450^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ . Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von  $10,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

#### Beispiel 22

Die Polyäthylen schmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 10 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Abbauprodukten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Beispiele 20 bis 22 zeigen die Änderung der Wachseigenschaften abhängig von der Wärmeabbaudauer, die ihrerseits durch die Anwendung der entsprechenden Wärmeverlustungen nach den Zonen bestimmt wird. Wie aus diesen Beispielen hervorgeht, erhält man niederviskose und folglich energieaufwendigere Polyäthylenwachstypen mit einem Molekulargewicht von 600 nach dem erfundungsgemäßen Verfahren mit der Verweilzeit von nicht mehr als 10 Minuten.

#### Beispiel 23

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 800 000, gemischt im Verhältnis 9:1, wird mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Reaktionsgemisches im Reaktor ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze wird entfernt, analysiert und kann verwendet werden.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 2000, es ist gelbstichig und hat eine Penetrationshärte von  $5,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 120°C.

#### Beispiel 24

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 800 000, gemischt im Verhältnis 3:1, wird mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs, der Druck am Rohrausgang beträgt

$196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyolefinwachses im Reaktor ist 3,5 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Verwendung und Analyse entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 3000, es ist gelbstichig und hat eine Penetrationshärte von  $3,10^{-1}$  mm und einen Tropfpunkt von 140°C.

#### Beispiel 25

(Kontrollbeispiel)

15 Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 800 000, gemischt im Verhältnis 1:1, wird mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 430 bis 450°C erwärmt. 20 Die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs, der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Gemisches im 25 Reaktor ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Analyse entfernt.

30 Man erhält ein Produkt von gelblichem Farbton, das durch die breite Zerstreuung von chemisch-physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist, was auf das Vorhandensein von Resten des Ziegler-Katalysators im Polypropylen zurückzuführen ist, wobei diese Reste den Radikalabbauprozess beeinflussen.

35 So erhält man bei einem Mengenverhältnis von Polyäthylen zu Polypropylen unterhalb von 3 kein Produkt von hoher Qualität.

40

#### Beispiel 26

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 1 500 000, gemischt im Verhältnis 3:1, wird mit 45 Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die spezifische Wärmeverlustung in der Zone des homogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs, der Druck am Rohrausgang beträgt  $196,14 \cdot 10^3$  Pa. Die gesamte Verweilzeit des Gemisches im 50 Reaktor ist 3,5 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in 55 einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Verwendung und Analyse entfernt.

56 Man erhält ein Produkt von gelblichem Farbton mit einem Molekulargewicht von 3000, das durch eine Penetrationshärte von  $3,10^{-1}$  mm und einem Tropfpunkt von 140°C gekennzeichnet ist.